CONCENTRATION PONDÉRALE D'UN AÉROSOL PRELEVÉ SUR MOUSSE TOURNANTE (CIP10)

Substances mesurables

Fraction prélevée	Débit (L/min)	Système de prélèvement	Substances	VME (mg/m^3)
Inhalable cf. fiche H_4	10	CIP10-I	Substances pour lesquelles la valeur limite est basée sur la fraction inhalable	-
Thoracique cf. fiche H_4	7	CIP10-T	Coton (fibres de) Lin (fibres de) Chanvre (fibres de) Fibres végétales (toutes sortes, non déjà citées par ailleurs)	0,2 0,2 0,2 0,5
Alvéolaire cf. fiche H_4	10	CIP10-R	Silice Graphite Poussières réputées sans effet spécifique	- 2 5

Domaine d'application

Ces procédures s'appliquent à la détermination gravimétrique, sans soucis d'identification, d'une masse d'aérosol prélevé sur une mousse filtrante placée dans la coupelle rotative d'un CIP10. Selon le sélecteur utilisé, la fraction de l'aérosol recueillie peut être inhalable, thoracique ou alvéolaire (cf. fiche H4).

Remarque

Voir la fiche H4 qui précise les limitations d'emploi des échantillonneurs CIP10 (en particulier pour les très fines particules). Par exemple, le CIP10 n'est pas l'échantillonneur à utiliser pour le prélèvement des fumées de soudage, qui sont constituées essentiellement de particules submicroniques. Les prélèvements de fumées de soudage doivent être effectués sur filtre au moyen d'un autre dispositif de prélèvement de la fraction inhalable (voir MétroPol 002), ce qui permet en outre une analyse subséquente des métaux et/ou du chrome hexavalent en fonction du média filtrant retenu.

Principe

- La détermination de la masse d'aérosol prélevé se fait par différence entre la masse de la coupelle vierge et sa masse après prélèvement.
- Les variations de masse induites aussi bien par les conditions hygrométriques différentes entre les pesées initiales et les pesées après prélèvement que par les perturbations apportées par la manipulation des mousses lors de leur conditionnement dans les coupelles, sont compensées autant que possible, par la comparaison avec des coupelles témoins.

PRÉLÈVEMENT

Échantillonneur

Système de prélèvement CIP10 (en version inhalable, thoracique ou alvéolaire) contenant une coupelle munie d'un filtre en mousse polyuréthane.

Conditions usuelles d'utilisation

Selon la fraction prélevée (cf. tableau ci-dessus).

Lors de l'utilisation d'un CIP10 utiliser des gants non talqués pour manipuler les coupelles tarées.

Remarque
Pour plus de détails, lire les fiches méthodologiques H1et H4.

ANALYSE

Méthode

Détermination gravimétrique avec balance analytique de sensibilité au moins égale au 1/100e de milligramme.

MATÉRIEL DE PRÉLÈVEMENT

- Appareil de prélèvement CIP10 muni de son sélecteur de fraction et réglé au débit nominal de la fraction concernée (cf. fiche H4).
- Coupelles rotatives tarées dans leur boîte de transport.
- Gants non talqués.

MATÉRIEL ANALYTIQUE

- Balance analytique de sensibilité au moins égale au 1/100e de milligramme.
- Table à pesée sur silentblocs.
- Local propre ne subissant pas de grande variation de température et si possible ventilé par l'introduction d'air filtré après passage sur un filtre très haute efficacité.
- Sorbonne à flux laminaire.
- Etuve.

RÉACTIFS (qualité analytique)

- Eau déionisée.

PRÉCAUTIONS PARTICULIÈRES

- Toutes les manipulations des coupelles et des mousses doivent être effectuées avec des pinces spéciales et/ou avec des gants non-talqués.
- Ne pas interrompre la pesée de coupelles provenant d'une même série de prélèvements et toujours intercaler la pesée des témoins dans la série de pesée des autres coupelles.
- Respecter le mode d'emploi de la balance, particulièrement en ce qui concerne le temps de stabilisation à la mise en route, le calibrage éventuel, le réglage du zéro et l'amortissement des oscillations avant lecture. Ne pas omettre la neutralisation des charges électriques.
- Sont pris en compte par les témoins : les variations de température et de degré hygrométrique du local de pesée.

PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONNEURS

- Choisir le sélecteur à utiliser en fonction de la fraction de l'aérosol à échantillonner.
- Préparer l'échantillonneur comme indiqué par le constructeur, en particulier en ce qui concerne :
  - le réglage du débit, avec mesure de la vitesse de rotation permettant le contrôle de la stabilité de ce débit,
  - l'installation des mousses dans les sélecteurs de la version "alvéolaire".

La préparation des coupelles se fait en plusieurs étapes.

OPÉRATIONS PRÉALABLES

- Les mousses en polyuréthane contenues dans les coupelles rotatives de prélèvement sont relativement sensibles à l'humidité de l'air ambiant sur le plan de leur stabilité massique. D'autre part, les mousses utilisées étant de fabrication industrielle, un soin particulier doit être apporté à leur lavage, préalablement à leur emploi.
  - Les mousses sont lavées dans de l'eau savonneuse tiède et pressées plusieurs fois pendant le lavage et les premiers rinçages. Rincer au moins 5 fois à l'eau déionisée filtrée.

    Remarque
    Si une analyse de silice cristalline doit être effectuée postérieurement à l'analyse gravimétrique, filtrer la dernière eau de rinçage sur une membrane et s'assurer de l'absence de silice sur celle-ci. Dans le cas contraire, continuer le lavage des mousses.
  - Laver séparément les coupelles avec leur couvercle.
  - Faire sécher les mousses et les coupelles à l'étuve en les plaçant à plat sur un plateau propre pendant environ 12 h à environ 50°C.
  - Placer les mousses propres dans les coupelles au moyen d'une pince.
- Prévoir un certain nombre de coupelles qui ne seront pas utilisées mais serviront de témoin (blanc de terrain). En principe, utiliser au moins trois témoins pour 10 coupelles préparées.
- Ouvrir les coupelles et placer le couvercle sous la coupelle ouverte. Les mettre pendant 4 h à l'étuve à 50°C. Conditionner ensuite les coupelles par un séjour d'une nuit dans le local de pesée (les coupelles avec leur couvercle seront pesées avec les mousses).

PESÉE DES COUPELLES (AVEC MOUSSES)

- Avant la pesée de chaque coupelle, s’assurer que la balance est à zéro et procéder à son réglage si nécessaire.
- Neutraliser les charges électrostatiques pour chaque coupelle.
- Peser chaque coupelle repérée et enregistrer la valeur affichée après amortissement des oscillations (30 s ou 1 min après stabilisation de la balance).
- Toujours intercaler la pesée des coupelles servant de témoins dans la série de pesée des autres coupelles. Par exemple, pour une boîte de 10 coupelles, réaliser les séquences suivantes : 1 2 8 3 4 9 5 6 10 7 ou 1 8 2 3 4 9 5 6 7 10 où les coupelles 8, 9 et 10 sont des coupelles témoins.

PRÉLÈVEMENT

- Se référer aux instructions du constructeur. (Voir également la fiche MétroPol H4).
- En cas d'absolue nécessité (manque de coupelles suite à un incident par exemple), un témoin pourra être utilisé pour le prélèvement. Il en sera tenu compte dans le calcul de l'intervalle de confiance du résultat, sachant qu'une telle pratique réduit sensiblement la précision de l'ensemble des résultats de la série concernée.
- Transporter les coupelles prélevées dans un emballage approprié, en maintenant les couvercles vers le haut et, dans la mesure du possible, en évitant les chocs et vibrations.

PESÉE APRÈS PRÉLÈVEMENT

Toutes les manipulations décrites ci-dessous seront effectuées avec précaution pour éviter de perdre les matières collectées.

OUVERTURE DES ÉCHANTILLONNEURS

Coupelles

- Ouvrir les coupelles et placer le couvercle sous la coupelle ouverte.
- Placer les coupelles ouvertes pendant 4 h à l'étuve à 50°C.
- Conditionner ensuite les coupelles ouvertes par un séjour d'une nuit dans le local de pesée.

PESÉE

Procéder comme pour les pesées initiales, en intercalant les pesées des coupelles témoins et celles des coupelles utilisées et en neutralisant les charges électrostatiques juste avant chaque pesée.

EXPRESSION DES RÉSULTATS

CALCUL DE LA CONCENTRATION PONDÉRALE ATMOSPHÉRIQUE

Soient M_{ix} la masse initiale de la xe coupelle utilisée,
M_{fx} la masse finale de la xe coupelle utilisée,
T_{iy} la masse initiale de la y^e coupelle témoin,
T_{fy} la masse finale de la y^e coupelle témoin,
Δ la différence de masse d'une coupelle entre la pesée initiale et la pesée finale
(Δ = pesée finale - pesée initiale)
(ΔM_x pour la xe coupelle utilisé et ΔT_y pour le y^e témoin).

La masse d'aérosol Q_x (en mg) prélevé sur la coupelle x est donnée par la formule

$$Q_x = \Delta M_x - \frac{1}{n}\sum_{1}^{n} \Delta T_y$$

Soit, pour 3 témoins :

$$Q_x = \Delta M_x - \frac{1}{3}(\Delta T_1 + \Delta T_2 + \Delta T_3)$$

La concentration pondérale de l'aérosol dans l'atmosphère prélevée C_p (en mg/m^3) est donnée par la formule :

$$C_p = \frac{Q_x}{V}$$

où V est le volume d'air prélevé exprimé en m^3 avec $V = F_m \cdot \Delta t$,. F_m étant le débit moyen de prélèvement et Δt la durée du prélèvement (cf. fiche B).

BIBLIOGRAPHIE

[1] NF X 43-262. Octobre 1990. Air des lieux de travail. Détermination gravimétrique du dépôt alvéolaire de la pollution particulaire. Méthode de la coupelle rotative. Paris-La Défense, AFNOR, 1990, 12 p.

[2] NF ISO 15 767. Mars 2004 (indice de classement NF X 43-266). Atmosphères des lieux de travail - Contrôle et caractérisation des erreurs de pesée des aérosols collectés. Saint-Denis-La-Plaine Cedex, AFNOR, 2004.

ANNEXE 1 INCERTITUDE SUR LA MESURE

CALCUL DE L'INTERVALLE DE CONFIANCE SUR LA MASSE COLLECTÉE

L'incertitude sur la masse d'aérosol collectée dépend de celle sur la pesée des substrats, ainsi que de celle sur la variation moyenne de masse des substrats témoins. Celle-ci est fonction, elle aussi, de l'incertitude sur la pesée mais aussi du nombre de témoins utilisés.

Elle est estimée à partir de la variation de masse de séries de substrats témoins, traités en des jours différents, choisis afin de refléter les variations possibles de conditions climatiques. L'écart-type de ces données sert à déterminer les limites de détection, de quantification et l'incertitude de la méthode, après que les masses aient été corrigées de la variation de masse moyenne des témoins de la série de mesures considérée.

Pour obtenir cet écart-type, répéter z fois (avec par exemple z = 4) les opérations suivantes, en essayant de se trouver dans des conditions climatiques différentes (température, pression et humidité relative) et représentatives des conditions de travail. Utiliser si possible des substrats d'un lot différent pour chacune de ces séries d'essai :

- Peser un certain nombre de substrats vierges (par exemple 6) issus d'un même lot (pesée initiale).
- Répéter la pesée de ces mêmes substrats un autre jour (pesée finale).
- Déterminer la variation de masse ΔT pour chacun de ces substrats, et la variance sb_i^2 (avec i variant de 1 à z) de ces variations de masse.

Remarque : vérifier que le nombre de séries de substrats retenu et le nombre de substrats dans chaque série assurent un nombre de degrés de liberté suffisant pour les calculs (par exemple 25 degrés de liberté pour cinq séries de 6 mesures).

- Calculer la moyenne s² des variances des z séries de mesures.

Calculer la variance s_Q^2 de la masse collectée :

$$s_Q^{\ 2} = \left(1 + \frac{1}{n}\right) s^2$$

où n est le nombre de témoins utilisés pour déterminer la variation de masse moyenne de la série de mesures considérée.

Remarque : cette méthode de calcul est conforme à celle décrite dans la norme NF ISO 15 767 dont la norme NF X 43-257 recommande l'emploi.

L'intervalle de confiance sur la masse est

$$[Q - k.\, s_Q,\ Q + k\, .\, s_Q\ ]$$

où k est le facteur d'élargissement.
On prend en général k = 2 (voir NF EN 482:2006)

CALCUL DE L'INTERVALLE DE CONFIANCE SUR LA CONCENTRATION PONDÉRALE ATMOSPHÉRIQUE

Soit s_V^2 la variance liée à la mesure du volume.

Si cette valeur n'est pas déterminée expérimentalement, la calculer en prenant par exemple :

$$\frac{s_V}{V} = 0{,}05 \text{ (écart-type relatif de 5\%)}$$

Calculer la variance s_{Cp}^2 de la concentration :

$$s_{Cp}^2 = \frac{1}{V^2}\left(s_Q^2 + C_p^2 \times s_V^2\right)$$

L'intervalle de confiance sur la concentration pondérale atmosphérique est :

$$\left[C_p - k \times s_{Cp}, C_p + k \times s_{Cp}\right]$$

en prenant pour k la même valeur qu'au paragraphe précédent.

EXEMPLES D'APPLICATIONS NUMÉRIQUES

Exemple 1 : exemple de détermination des limites de détection, de quantification et de l'incertitude à partir de la mesure de la variation de masse de 5 séries de 6 coupelles de CIP10 *(25 degrés de liberté)*.

Tableau 1a : éléments de calcul

Série de pesée	Écart de masse ΔT (masse finale - masse initiale) (µg)						Écart-type des témoins (s_b)	Variance des témoins (s_b^2)
1	-585	-582	-567	-548	-537	-532	23	520,3
2	-252	-214	-185	-236	-169	-177	34	1145,9
3	294	323	328	364	389	328	34	1127,5
4	669	566	520	511	465	410	89	7889,9
5	1132	1135	1216	1173	1219	1165	38	1430,7
Variance moyenne (s^2) :								**2422,8**

Tableau 1b : limites de détection, de quantification et incertitude

Nombre de témoins utilisés	Variance de la masse collectée (s_Q^2)	Limite de détection ($3 \times s_Q$, en µg)	Limite de quantification ($10 \times s_Q$, en µg)	Incertitude sur une pesée* ($2 \times s_Q$, en µg)
2	3634	181	603	120,6
3	3230	171	568	113,7
4	3029	165	550	110,1
5	2907	162	539	107,8

* Le facteur d'élargissement de 2 correspond approximativement à une probabilité de 95%

Exemple 2 : exemple de détermination des limites de détection, de quantification et de l'incertitude à partir de la mesure de la variation de masse de 12 séries de 3 coupelles de CIP10 *(24 degrés de liberté)*.

Remarque : ce type de données peut provenir d'un relevé rétroactif de mesures de témoins.

Tableau 2a : éléments de calcul

Série de pesée	Écart de masse ΔT (masse finale - masse initiale) (µg)			Écart-type des témoins (s_b)	Variance des témoins (s_b^2)
1	-548	-537	-532	8	67,0
2	-236	-169	-177	37	1339,0
3	364	389	328	31	940,3
4	511	465	410	51	2557,0
5	1173	1219	1165	29	849,3
6	392	433	409	21	424,3
7	316	224	181	69	4756,3
8	-287	-283	-314	17	284,3
9	-930	-850	-860	44	1900,0
10	-920	-770	-820	76	5833,3
11	520	580	510	38	1433,3
12	-280	-340	-290	32	1033,3
Variance moyenne (s^2) :					**1784,8**

Tableau 2b : limites de détection, de quantification et incertitude

Nombre de témoins utilisés	Variance de la masse collectée (s_Q^2)	Limite de détection ($3 \times s_Q$, en µg)	Limite de quantification ($10 \times s_Q$, en µg)	Incertitude sur une pesée* ($2 \times s_Q$, en µg)
2	2677	155	517	103,5
3	2380	146	488	97,6
4	2231	142	472	94,5
5	2142	139	463	92,6

* Le facteur d'élargissement de 2 correspond approximativement à une probabilité de 95%

Remarque : Cette annexe est identique à celle de l'annexe 1 de la fiche MétroPol 002, à l'exception des exemples numériques

HISTORIQUE

Version	Date	Modification(s) faisant l'objet de la nouvelle version	Paragraphes concernés
085	Jusqu'au 23/09/2004	Création + mises à jour	
085/V01	04/03/2009	Nouvelle présentation Précisions sur les limites d'applicabilité Rappels généralités avant préparation des coupelles Modification du mode de calcul de l'incertitude (avec référence à la norme ISO 15767) Création de l'historique	-partout -Domaine d'application - Préparation des échantillonneurs - Annexe 1